

AZOLE DERIVATIVE, ITS PRODUCTION AND HERBICIDE CONTAINING THE SAME AS ACTIVE INGREDIENT

Patent Number: JP5202038
Publication date: 1993-08-10
Inventor(s): HIRATSUKA MITSUNORI; others: 04
Applicant(s): SUMITOMO CHEM CO LTD
Requested Patent: ☐ JP5202038
Application Number: JP19920015010 19920130
Priority Number(s):
IPC Classification: C07D413/12; A01N43/82; C07D413/14; C07D417/12; C07D417/14
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PURPOSE: To obtain the subject new azole derivative useful as an active ingredient of a herbicide, capable of controllingly removing a wide range of weeds, applicable in a small amount of chemical, having a wide weeding spectrum and safely usable even in non-tilled cropping.

CONSTITUTION: The objective compound of formula I (R is (halo)alkyl, halogen or S(O)_n-R₃ (n is 0-2; R₃ is halogen, alkoxyalkylcarbonyl, benzoyl, substitutable alkyl, etc.); R₁ and R₂ are alkyl, (halo) alkoxy or halogen; X₁ and X₂ are O or S; Z₁ is CH or N; Y₁ to Y₃ are H, alkyl, alkoxy or halogen; Z₂ is CH, N or CY₄ (Y₄ is OH, SH, NO₂, halogen, alkyl, alkenyl, phenyl, etc.)), e.g. 2-(2-(4,6-dimethoxypyrimidin-2-yloxy) phenyl)-5-(4-methylbenzylthio) thiadiazole. This compound is obtained by reacting a compound of formula II with a compound of formula III [W₁ is halogen or S(O)_m-R₇ (m) is 0-2; R₇ is alkyl or substitutable benzyl)].

Data supplied from the esp@cenet database - I2

19

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-202038

(43) 公開日 平成5年(1993)8月10日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 7 D 413/12		8829-4C		
A 0 1 N 43/82	1 0 1 D	8930-4H		
C 0 7 D 413/14		8829-4C		
417/12		9051-4C		
417/14		9051-4C		

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全 35 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平4-15010

(22) 出願日 平成4年(1992)1月30日

(71) 出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 平塚 光範

兵庫県宝塚市高司4丁目2番1号 住友化学工業株式会社内

(72) 発明者 上川 徹

兵庫県宝塚市高司4丁目2番1号 住友化学工業株式会社内

(72) 発明者 平田 直則

兵庫県宝塚市高司4丁目2番1号 住友化学工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 諸石 光▲ひろ▼ (外1名)

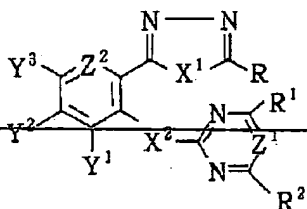
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アゾール誘導体、その製造法およびそれを有効成分とする除草剤

(57) 【要約】 (修正有)

【構成】 図示の一般式で示されるアゾール誘導体、その製造法およびそれを含有する除草剤。

【効果】 優れた除草効力を有することから除草剤の有効成分として使用できる。



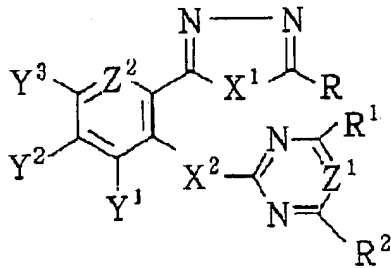
〔式中、Rは低級アルキル基、ハロゲン原子、ハロ低級アルキル基等を表す。R¹ およびR² は同一または相異なり、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロ低級アルコキシ基またはハロゲン原子を表す。X¹ は酸素原子または硫黄原子を表し、X² は酸素原子または硫黄原子を表し、Z¹ はCHまたはNを表す。Y¹、Y² およびY³ は同一または相異なり、水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基またはハロゲン原子を表す。Z² はCH、NまたはCY⁴を表し、Y⁴ は同一または相異なり、ヒドロキシル基、メルカプト基、ニトロ基、ハロゲン原子等を表す。〕

1

【特許請求の範囲】

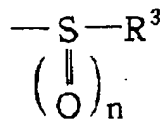
【請求項1】 一般式 化1

【化1】



〔式中、Rは低級アルキル基、ハロゲン原子、ハロ低級アルキル基を表すか、または一般式 化2

【化2】



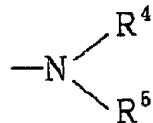
（ここで、R³ はハロゲン原子、低級アルコキシ基、低級アルキルカルボニル基、ベンゾイル基、低級アルコキシカルボニル基、ニトロ基もしくはシアノ基で置換されていてもよい、低級アルキル基を表すか、または、低級アルキル基、ハロゲン原子、低級アルコキシ基、低級アルコキシカルボニル基、ハロ低級アルキル基、ニトロ基もしくはシアノ基で置換されていてもよい、ベンジル基を表し、nは0、1または2の整数を表す。）で示される基を表す。R¹ およびR² は同一または相異なり、低

2

級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロ低級アルコキシ基またはハロゲン原子を表す。X¹ は酸素原子または硫黄原子を表し、X² は酸素原子または硫黄原子を表し、Z¹ はCHまたはNを表す。Y¹、Y² およびY³ は同一または相異なり、水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基またはハロゲン原子を表す。Z² はCH、NまたはCY⁴を表し、Y⁴ は同一または相異なり、ヒドロキシル基、メルカプト基、ニトロ基、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルケニル基、低級アルキニル基、低級アルコキシ基、低級アルケニルオキシ基、低級アルキニルオキシ基、ハロ低級アルキル基、ハロ低級アルケニル基、ハロ低級アルキニル基、ハロ低級アルコキシ基、ハロ低級アルケニルオキシ基、ハロ低級アルキニルオキシ基、低級アルコキシアルキル基、低級アルケニルオキシアルキル基、低級アルキニルオキシアルキル基、シアノ基、ホルミル基、カルボキシル基、低級アルコキシカルボニル基、低級アルケニルオキシカルボニル基、低級アルキニルオキシカルボニル基を表すか、置換されていてもよい、フェニル基、フェノキシ基、フェニルチオ基、ベンジルオキシ基もしくはベンジルチオ基（ここで、フェニル基、フェノキシ基、フェニルチオ基、ベンジルオキシ基もしくはベンジルチオ基は、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロゲン原子、低級アルコキシカルボニル基もしくはニトロ基で置換されていてもよい。）を表すか、または一般式 化3

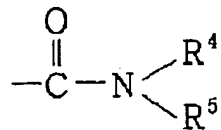
【化3】

基



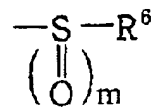
(式中、 R^4 および R^5 は同一または相異なり、水素原子、低級アルキル基、低級アルケニル基または低級アルキニル基を表す。)

基



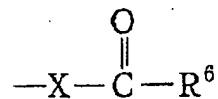
(式中、 R^4 および R^5 は前記と同じ意味を表す。)

基



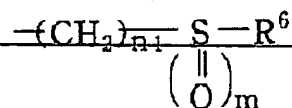
(式中、 R^6 は低級アルキル、低級アルケニル基または、低級アルキニル基を表し、 m は0、1または2の整数を表す。)

基



(式中、 R^6 は前記と同じ意味を表し、 X は酸素原子または硫黄原子を表す。)

基

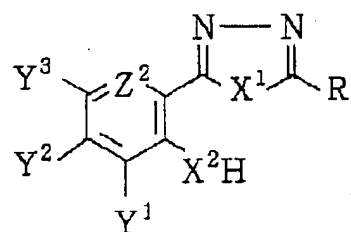


(式中、 $n1$ は0、1、2、3または4の整数を表し、 R^6 および m は前記と同じ意味を表す。)

で示される基を表す。) で示されるアゾール誘導体。

【請求項2】 一般式 化4

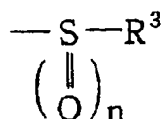
【化4】



5

〔式中、Rは低級アルキル基、ハロゲン原子、ハロ低級アルキル基を表すか、または一般式 化5

〔化5〕



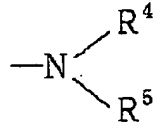
(ここで、R³ はハロゲン原子、低級アルコキシ基、低級アルキルカルボニル基、ベンゾイル基、低級アルコキシカルボニル基、ニトロ基もしくはシアノ基で置換されていてもよい、低級アルキル基を表すか、又は低級アルキル基、ハロゲン原子、低級アルコキシ基、低級アルコキシカルボニル基、ハロ低級アルキル基、ニトロ基もしくはシアノ基で置換されていてもよい、ベンジル基を表し、nは0、1または2の整数を表す。)で示される基を表す。X¹ は酸素原子または硫黄原子を表し、X² は酸素原子または硫黄原子を表す。Y¹、Y² およびY³ は同一または相異なり、水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基またはハロゲン原子を表し、Z² はC、H、NまたはCY⁴を表し、Y⁴ は同一または相異な

6

り、ヒドロキシル基、メルカプト基、ニトロ基、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルケニル基、低級アルキニル基、低級アルコキシ基、低級アルケニルオキシ基、低級アルキニルオキシ基、ハロ低級アルキル基、ハロ低級アルケニル基、ハロ低級アルキニル基、ハロ低級アルコキシ基、ハロ低級アルケニルオキシ基、ハロ低級アルキニルオキシ基、低級アルコキシアルキル基、低級アルケニルオキシアルキル基、低級アルキニルオキシアルキル基、シアノ基、ホルミル基、カルボキシル基、低級アルコキシカルボニル基、低級アルケニルオキシカルボニル基、低級アルキニルオキシカルボニル基を表すか、置換されていてもよい、フェニル基、フェノキシ基、フェニルチオ基、ベンジルオキシ基もしくはベンジルチオ基(ここで、フェニル基、フェノキシ基、フェニルチオ基、ベンジルオキシ基もしくはベンジルチオ基は、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロゲン原子、低級アルコキシカルボニル基もしくはニトロ基で置換されていてもよい。)を表すか、または一般式 化6

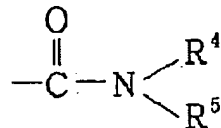
〔化6〕

基



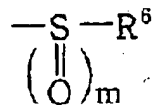
(式中、 R^4 および R^5 は同一または相異なり、水素原子、低級アルキル基、低級アルケニル基または低級アルキニル基を表す。)

基



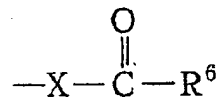
(式中、 R^4 および R^5 は前記と同じ意味を表す。)

基



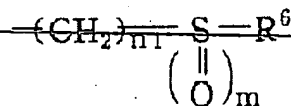
(式中、 R^6 は低級アルキル、低級アルケニル基または、低級アルキニル基を表し、 m は0、1または2の整数を表す。)

基



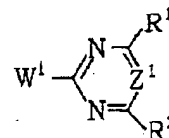
(式中、 R^6 は前記と同じ意味を表し、 X は酸素原子または硫黄原子を表す。)

基



(式中、 $n1$ は0、1、2、3または4の整数を表し、 R^6 および m は前記と同じ意味を表す。)

で示される基を表す。) で示されるフェノール誘導体と、一般式 化7
[化7]



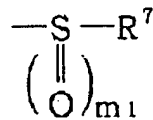
(式中、 R^1 および R^2 は同一または相異なり、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロ低級アルコキシ基ま

9

たはハロゲン原子を表し、Z¹ はCHまたはNを表す。

W¹ はハロゲン原子または一般式 化8

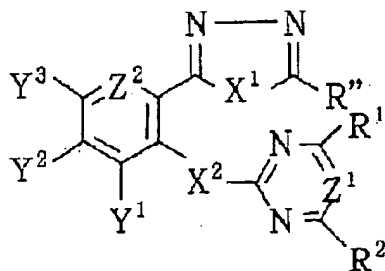
【化8】



(ここでR⁷ は低級アルキル基を表すか、または、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロゲン原子、低級アルコキシカルボニル基もしくはニトロ基で置換されてい

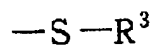
【請求項3】 一般式 化9

【化9】



【式中、R'' は一般式 化10

【化10】



(ここで、R³ はハロゲン原子、低級アルコキシ基、低級アルキルカルボニル基、ベンゾイル基、低級アルコキシカルボニル基、ニトロ基もしくはシアノ基で置換されていてもよい、低級アルキル基を表すか、または、低級

10

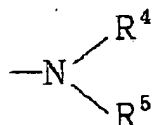
アルキル基、ハロゲン原子、低級アルコキシ基、低級アルコキシカルボニル基、ハロ低級アルキル基、ニトロ基もしくはシアノ基で置換されていてもよい、ベンジル基を表す。nは0、1または2の整数を表す。) で示される基を表す。R¹ およびR² は同一または相異なり、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロ低級アルコキシ基またはハロゲン原子を表す。X¹ は酸素原子または硫黄原子を表し、X² は酸素原子または硫黄原子を表し、Z¹ はCHまたはNを表す。Y¹、Y² およびY³ は同一または相異なり、水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基またはハロゲン原子を表す。Z² はCH、NまたはCY⁴ を表し、Y⁴ は同一または相異なり、ヒドロキシ基、メルカプト基、ニトロ基、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルケニル基、低級アルキニル基、低級アルコキシ基、低級アルケニルオキシ基、低級アルキニルオキシ基、ハロ低級アルキル基、ハロ低級アルケニル基、ハロ低級アルキニル基、ハロ低級アルコキシ基、ハロ低級アルケニルオキシ基、ハロ低級アルキニルオキシ基、低級アルコキシアルキル基、低級アルケニルオキシアルキル基、低級アルキニルオキシアルキル基、シアノ基、ホルミル基、カルボキシ基、低級アルコキシカルボニル基、低級アルケニルオキシカルボニル基、低級アルキニルオキシカルボニル基を表すか、置換されていてもよい、フェニル基、フェノキシ基、フェニルチオ基、ベンジルオキシ基もしくはベンジルチオ基(ここで、フェニル基、フェノキシ基、フェニルチオ基、ベンジルオキシ基もしくはベンジルチオ基は、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロゲン原子、低級アルコキシカルボニル基もしくはニトロ基で置換されてい

【化11】

11

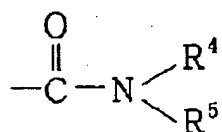
12

基



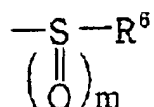
(式中、 R^4 および R^5 は同一または相異なり、水素原子、低級アルキル基、低級アルケニル基または低級アルキニル基を表す。)

基



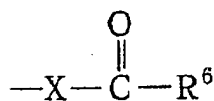
(式中、 R^4 および R^5 は前記と同じ意味を表す。)

基



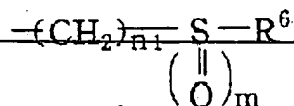
(式中、 R^6 は低級アルキル、低級アルケニル基または、低級アルキニル基を表し、 m は0、1または2の整数を表す。)

基



(式中、 R^6 は前記と同じ意味を表し、 X は酸素原子または硫黄原子を表す。)

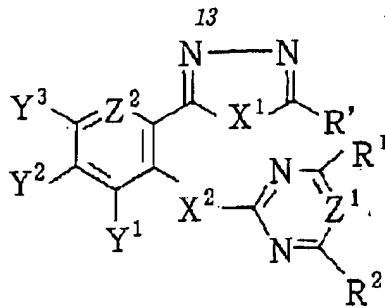
基



(式中、 $n1$ は0、1、2、3または4の整数を表し、 R^6 および m は前記と同じ意味を表す。)

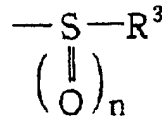
で示される基を表す。) で示されるアゾール誘導体を酸化することと特徴とする一般式 化12

【化12】



〔式中、R' は一般式 化13〕

〔化13〕



(ここで、R³ は前記と同じ意味を表す。nは0、1または2の整数を表す。) で示される基を表す。R¹、R²、X¹、X²、Z¹、Z²、Y¹、Y² およびY³ は前記と同じ意味を表す。) で示されるアゾール誘導体の製造法。

【請求項4】 請求項1記載のアゾール誘導体を有効成分として含有することを特徴とする除草剤。

【発明の詳細な説明】

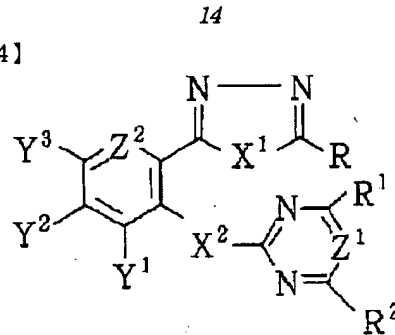
【産業上の利用分野】 本発明は、新規なアゾール誘導体、その製造法およびそれを有効成分とする除草剤に関する。

【従来の技術】 これ迄、アミトロール (amitrole) 等のアゾール誘導体が除草剤の有効成分として用いungことが知られている。

【発明が解決しようとしている課題】 しかしながら、従来のアゾール誘導体は、除草効力が不十分であったり、作物・雑草間の選択性に劣ったりすることから必ずしも満足すべきものとは言い難い。一方、現在、農耕地あるいは非農耕地として数多くの除草剤が使用されているが、防除の対象となる雑草は種類も多く、発生も長期間にわたるため、より除草効力が高く、幅広い殺草スペクトラムを有する除草剤の開発が求められている。また、近年、省力化、栽培期間の延長あるいは土壌流出防止等の目的で不耕起栽培 (notill cultivation) が行われている。そのため、雑草に対し高い茎葉処理除草活性と残効性に優れた土壌処理除草活性とを同時に有し、かつ除草処理後の作物栽培において優れた作物選択性を有する除草剤の出現が待ち望まれている。

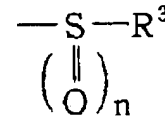
【課題を解決するための手段】 本発明者等は、このような状況に鑑み、種々検討した結果、下記的一般式化14で示されるアゾール誘導体が上述のような欠点の少ない優れた除草剤であること、更には、農耕地あるいは非農耕地に発生する広範囲の雑草を防除的に除草でき、低薬量で施用でき、しかも殺草スペクトルが広く、不耕起栽培にも安全に使用できることを見出し、本発明に至った。すなわち、本発明は、一般式 化14

〔化14〕



10 〔式中、Rは低級アルキル基、ハロゲン原子、ハロ低級アルキル基を表すか、または一般式 化15

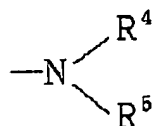
〔化15〕



(ここで、R³ はハロゲン原子、低級アルコキシ基、低級アルキルカルボニル基、ベンゾイル基、低級アルコキシカルボニル基、ニトロ基もしくはシアノ基で置換されていてもよい、低級アルキル基を表すか、または、低級アルキル基、ハロゲン原子、低級アルコキシ基、低級アルコキシカルボニル基、ハロ低級アルキル基、ニトロ基もしくはシアノ基で置換されていてもよい、ベンジル基を表し、nは0、1または2の整数を表す。) で示される基を表す。R¹ およびR² は同一または相異なり、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロ低級アルコキシ基またはハロゲン原子を表す。X¹ は酸素原子または硫黄原子を表し、X² は酸素原子または硫黄原子を表し、Z¹ はCHまたはNを表す。Y¹、Y² およびY³ は同一または相異なり、水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基またはハロゲン原子を表す。Z² はCH、NまたはCY⁴を表し、Y⁴ は同一または相異なり、ヒドロキシル基、メルカプト基、ニトロ基、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルケニル基、低級アルキニル基、低級アルコキシ基、低級アルケニルオキシ基、低級アルキニルオキシ基、ハロ低級アルキル基、ハロ低級アルケニル基、ハロ低級アルキニル基、ハロ低級アルコキシ基、ハロ低級アルケニルオキシ基、ハロ低級アルキニルオキシ基、低級アルコキシアルキル基、低級アルケニルオキシアルキル基、低級アルキニルオキシアルキル基、シアノ基、ホルミル基、カルボキシル基、低級アルコキシカルボニル基、低級アルケニルオキシカルボニル基、低級アルキニルオキシカルボニル基を表すか、置換されていてもよい、フェニル基、フェノキシ基、フェニルチオ基、ベンジルオキシ基もしくはベンジルチオ基(ここで、フェニル基、フェノキシ基、フェニルチオ基、ベンジルオキシ基もしくはベンジルチオ基は、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロゲン原子、低級アルコキシカルボニル基もしくはニトロ基で置換されていてもよい。)を表すか、または一般式 化16

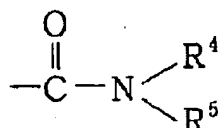
【化16】

基



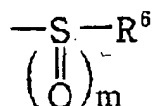
(式中、 R^4 および R^5 は同一または相異なり、水素原子、低級アルキル基、低級アルケニル基または低級アルキニル基を表す。)

基



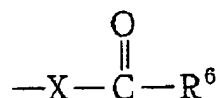
(式中、 R^4 および R^5 は前記と同じ意味を表す。)

基



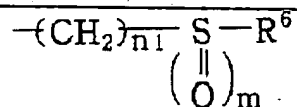
(式中、 R^6 は低級アルキル、低級アルケニル基または、低級アルキニル基を表し、 m は0、1または2の整数を表す。)

基



(式中、 R^6 は前記と同じ意味を表し、 X は酸素原子または硫黄原子を表す。)

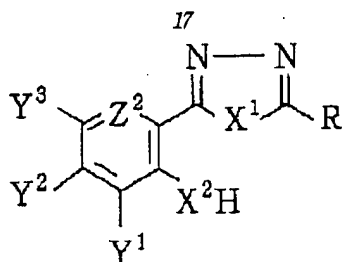
基



(式中、 $n1$ は0、1、2、3または4の整数を表し、 R^6 および m は前記と同じ意味を表す。)

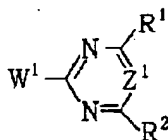
で示される基を表す。)で示されるアゾール誘導体(以下、本発明化合物と記す。)、その製造法およびそれを有効成分とする除草剤を提供する。次にその製造法について詳しく説明する。本発明化合物は、一般式 化17

【化17】



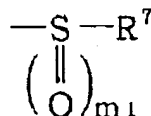
〔式中、R、X¹、X²、Y¹、Y²、Y³ および Z² は前記と同じ意味を表す。〕で示されるフェノール誘導体と一般式 化18

〔化18〕



〔式中、R¹、R² および Z¹ は前記と同じ意味を表し、W¹ はハロゲン原子を表すか、または一般式 化19

〔化19〕



（ここで R⁷ は低級アルキル基または、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロゲン原子、低級アルコシカルボニル基もしくはニトロ基で置換されていてもよい、ベンジル基を表し、m₁ は0、1または2の整数を表す。）で示される基を表す。）で示される化合物とを

反応させることによって製造することができる。一般式 化18の W¹ および化19の R⁷ において、ハロゲン原子としては、塩素原子、臭素原子等、アルキル基としてはメチル基、エチル基等、アルコキシ基としてはメトキシ基、エトキシ基等、アルコシカルボニル基としてはメトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基等があげられ、さらに具体的には W¹ として塩素原子、SO₂CH₃ があげられる。この反応は、通常、無溶媒または

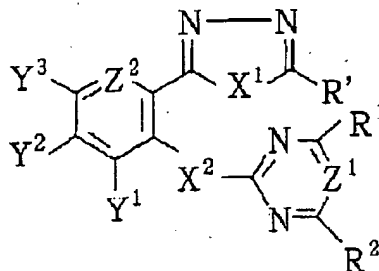
溶媒中、塩基の存在下に行い、通常、反応温度の範囲は室温～溶媒の沸点、反応時間の範囲は10分～24時間であり、反応に供される試剤の量は一般式 化17で示されるフェノール誘導体1当量に対して一般式 化18で示される化合物は1.0～1.5当量、塩基は1.0～5.0当量である。用いる溶媒としては、ヘキサン、ヘプタン、リグロイン、石油エーテル等の脂肪族炭化水素類、ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類、クロロホルム、四塩化炭素、ジクロロエタン、クロロベンゼン、ジクロロベンゼン等のハロゲン化炭化水素類、ジエチルエーテル、ジイソプロピルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン、ジエチレングリコールジメチルエーテル等のエーテル類、アセトン、メチルエチルケ

18

トン、メチルイソブチルケトン、イソホロン、シクロヘキサノン等のケトン類、メタノール、エタノール、イソプロパノール、n-ブタノール、オクタノール、シクロヘキサノール、メチルセロソルブ、ジエチレングリコール、グリセリン等のアルコール類、辛酸エチル、酢酸エチル、酢酸ブチル、炭酸ジエチル等のエステル類、ニトロエタン、ニトロベンゼン等のニトロ化合物、アセトニトリル、イソブチロニトリル等のニトリル類、ピリジン、トリエチルアミン、N、N-ジエチルアニリン、トリブチルアミン、N-メチルモルホリン等の第三級アミン、ホルムアミド、N、N-ジメチルホルムアミド、アセトアミド等の酸アミド、ジメチルスルホキシド、スルホラン等の硫黄化合物、液体アンモニア、水等あるいは、それらの混合物があげられる。用いる塩基としては、ピリジン、トリエチルアミン、N、N-ジエチルアニリン等の有機塩基、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、水素化ナトリウム等の無機塩基、ナトリウムメトキシド、ナトリウムエトキシド等のアルカリ金属アルコキシド等があげられる。

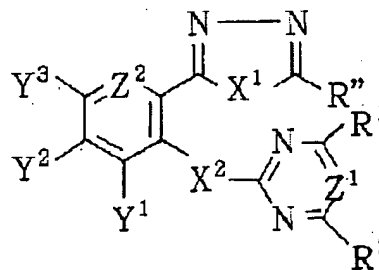
20 反応終了後の反応液は、水を加えて有機溶媒抽出および濃縮等の通常の後処理を行い、必要ならば、クロマトグラフィー、蒸留、再結晶等の操作によって精製することにより、目的の本発明化合物を得ることができる。また、一般式 化20

〔化20〕



〔式中、R' は一般式 化15において (n=1, 2) で示される基を表す。R¹、R²、X¹、X²、Y¹、Y²、Y³、Z¹ および Z² は前記と同じ意味を表す。〕で示される化合物は、一般式 化21

〔化21〕



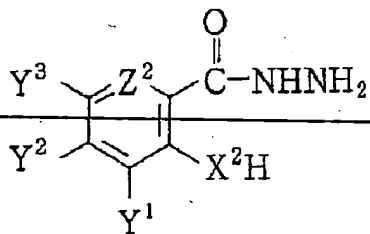
〔式中、R'' は、一般式 -S-R³

（ここで、R³ は前記と同じ意味を表す。）を表す。R¹、R²、X¹、X²、Y¹、Y²、Y³、Z¹ および

Z² は前記と同じ意味を表す。] で示される化合物を酸化することにより製造することもできる。このとき、用いられる酸化剤としては、メタクロロ過安息香酸等の芳香族過酸、過酢酸、過トリフルオロ酢酸等の脂肪族過酸、過酸化水素等が挙げられる。該反応は、通常溶媒中で行われ、用いられる溶媒は、酸化剤の種類により異なり、例えば、過酸化水素ならば、水、酢酸、アセトン等が用いられ、芳香族過酸ならば、クロロホルム、塩化メチレン等のハロゲン化炭化水素や、ジエチルエーテル、ジオキサン等のエーテル類が用いられ、脂肪族過酸ならば対応するカルボン酸が通常用いられる。一般式化20において、n=1で示される化合物の製造においては、通常、反応温度の範囲は、0℃～室温であり、反応時間の範囲は、通常、10分～24時間であり、反応に用いられる試剤の量は、一般式化21で示される化合物1当量に対して酸化剤は、通常、0.9～1.2当量である。n=2で示される化合物の製造においては、通常、反応温度の範囲は、室温～溶媒の沸点であり、反応時間の範囲は、通常、10分～24時間であり、反応に用いられる試剤の量は、一般式化21で示される化合物1当量に対して酸化剤は、通常、2～5当量である。反応終了後の反応液は、水を加えて有機溶媒抽出および濃縮等の通常の後処理を行い、必要ならば、クロマトグラフィー、蒸留、再結晶等の操作によって精製することにより、目的の本発明化合物を得ることができる。本発明化合物には、除草活性を有する光学活性体が存在するが、本発明は、該光学活性体およびその混合物を含む。なお、一般式化18で示される化合物は、特開昭63-23870号公報、J. Org. Chem., 26, 792 (1961)等の記載に準じて製造できる。一般式化17で示されるフェノール誘導体は、米

化22

【化22】



【式中、X²、Y¹、Y²、Y³およびZ²は前記と同じ意味を表す。] で示されるサリチル酸誘導体から製造することができる。一般式化17で示されるフェノール誘導体には、光学活性体が存在するが、一般式化17で示されるフェノール誘導体は該活性体およびその混合物を含む。本発明化合物は、畑地の茎葉処理および土壌処理において、問題となる種々の雑草に対して除草効力を有する。また、本発明化合物は、水田の湛水処理において、問題となる種々の雑草に対して除草効力を有する。また、本発明化合物は、農耕地あるいは非農耕地に

発生する広範囲の雑草を防除的に除草でき、さらに低薬量で施用でき、しかも殺草スペクトラムが広く、大豆畑、ピーナッツ畑、トウモロコシ畑等の不耕起栽培にも使用できる。本発明化合物によって防除できる雑草としては、例えば、ソバカズラ、サナエタデ、スベリヒユ、ハコベ、シロザ、アオゲイトウ、ダイコン、ノハラガラシ、ナズナ、アメリカツノクサネム、エビスグサ、イチビ、アメリカキンゴジカ、フィールドパンジー、ヤエムグラ、アメリカアサガオ、マルバアサガオ、セイヨウヒルガオ、ヒメオドリコソウ、ホトケノザ、シロバナチョウセンアサガオ、イヌホオズキ、オオイヌノフグリ、オナモミ、ヒマワリ、イヌカミツレ、コーンマリーゴールド等の広葉雑草、ヒエ、イヌビエ、エノコログサ、アキノエノコログサ、メヒシバ、オヒシバ、スズメノカタビラ、ノスズメノテッポウ、エンバク、カラスムギ、セイバンモロコシ、シバムギ、ウマノチャヒキ、ギョウギシバ等のイネ科雑草およびツユクサ等のツユクサ科雑草、コゴメガヤツリ、ハマスゲ等のカヤツリグサ科雑草等に対して除草効力を有し、しかも本発明化合物のあるものは、トウモロコシ、コムギ、オオムギ、イネ、ダイズ、ワタ、テンサイ等の主要作物に対して問題となるような被害を示さない。水田の湛水処理においては、例えば、タイヌビエ等のイネ科雑草、アゼナ、キカシグサ、ミゾハコベ、ヒメミソハギ等の広葉雑草、タマガヤツリ、ホタルイ、マツバイ、ミズガヤツリ等のカヤツリグサ科雑草、コナギ、ウリカワ等に対して除草効力を有し、しかもあるものはイネに対しては問題となるような被害を示さない。本発明化合物を除草剤の有効成分として用いる場合は、通常、固体担体、液体担体、界面活性剤その他の製剤用補助剤と混合して、乳剤、水和剤、懸濁剤、粒剤、水和粒剤等に製剤する。これらの製剤には有効成分として本発明化合物を、重量比で0.03～90%、好ましくは0.1～80%含有する。固体担体としては、カオリンクレー、アッタバルジャイトクレー、ベントナイト、酸性白土、パイロフィライト、タルク、珪藻土、方解石、クルミ粉、尿素、硫酸アンモニウム、合成含水酸化珪素等の微粉末あるいは粒状物があげられ、液体担体としては、キシレン、メチルナフタレン等の芳香族炭化水素類、イソプロパノール、エチレングリコール、セロソ

ロックコポリマー、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル等の非イオン界面活性剤等があげられる。その他の製剤用補助剤としては、リグニンスルホン酸塩、アルギン酸塩、ポリビニルアルコール、アラビアガム、CMC（カルボキシメチルセルロース）、PAP（酸性リン酸イソプロピル）等があげられる。本発明化合物は、通常製剤化して雑草の出芽前、または出芽後に土壌処理、茎葉処理または湛水処理する。土壌処理には、土壌表面処理、土壌混和処理等があり、茎葉処理には、植物体の上方からの処理のほか、作物に付着しないよう雑草に限って処理する局部処理等がある。また、他の除草剤と混合して用いることにより、除草効力の増強を期待できる。さらに、殺虫剤、殺ダニ剤、殺線虫剤、殺菌剤、植物成長調節剤、肥料、土壌改良剤等と混合して用いることもできる。なお、本発明化合物は、水田、水田の畔、畑地、休耕地、果樹園、牧草地、芝生地、森林あるいは非農耕地で用いられる除草剤の有効成分として用いることができる。本発明化合物を除草剤の有効成分として用いる場合、その処理量は、気象条件、製剤形態、処理時期、方法、場所、対象雑草、対象作物等によっても異なるが、通常、1アールあたり0.1~100g、好ましくは、0.3g~80gであり、乳剤、水和剤、懸濁剤、水和粒剤等は、通常、その所定量を1アールあたり1リットル~10リットルの（必要ならば、展着剤等の補助剤を添加した）水で希釈して処理し、粒剤等は、通常、なんら希釈することなくそのまま処理する。展着剤としては、前記の界面活性剤のほか、ポリオキシエチレン樹脂酸（エステル）、リグニンスルホン酸塩、アビエチン酸塩、ジナフチルメタンスルホン酸塩、パラフィン等があげられる。

【発明の効果】本発明化合物は、畑地の土壌処理および茎葉処理、さらに水田の湛水処理において問題となる種々の雑草に対して優れた除草効力を有することから、除草剤の有効成分として種々の用途に用いることができる。

【実施例】以下、本発明を製造例、製剤例および試験例により、さらに詳しく説明するが、本発明は、これらの実施例に限定されるものではない。まず、本発明化合物

の製造例を示す。

製造例 1

60%油性水素化ナトリウム0.44gをN, N-ジメチルホルムアミド25mlに懸濁させ、2-(2-ヒドロキシフェニル)-5-(4-メチルベンジルチオ)チアジアゾール3.14gをN, N-ジメチルホルムアミド5mlに溶かした溶液を滴下した。室温で30分間攪拌した後、4, 6-ジメトキシ-2-メチルスルホニルピリミジン2.18gをN, N-ジメチルホルムアミド5mlに溶かした溶液を加えた。反応液を100~110℃で1時間、加熱、攪拌した。放冷後、1規定塩酸に反応液を注ぎ、酢酸エチルで2回抽出した。有機層を水で洗浄した後、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。減圧下に溶媒を留去し、粗精製物3.94gを得た。得られた粗精製物のうち、0.5gを薄層クロマトグラフィー（MERCK社製 Art 5717、展開溶媒：ヘキサン/酢酸エチル（2:1, v/v））に付し、0.24gの2-(2-(4, 6-ジメトキシピリミジン-2-イルオキシ)フェニル)-5-(4-メチルベンジルチオ)チアジアゾール（本発明化合物（39））を得た。

製造例 2

2-(4-クロロベンジルチオ)-5-(2-(4, 6-ジメトキシピリミジン-2-イルオキシ)フェニル)チアジアゾール1.42gをクロロホルム20mlに溶かし、メタクロロ過安息香酸1.30gを加えた。室温で7時間攪拌し、反応終了とした。反応液を20%炭酸カリウム水溶液で3回洗浄し、さらに水で洗浄した。無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に溶媒を留去した。得られた残渣を薄層クロマトグラフィー（MERCK社製 Art 5717、展開溶媒：ヘキサン/酢酸エチル（2:1, v/v））に付し、0.27gの2-(4-クロロベンジルスルホニル)-5-(2-(4, 6-ジメトキシピリミジン-2-イルオキシ)フェニル)チアジアゾール（本発明化合物（50））を得た。上記製造例に準じて、対応する出発物質を反応させることにより得られる本発明化合物を表1-17に示す。

【表1】

化合物 番号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	Z ¹	R ¹	R ²	R	物 性
(1)	H	H	H	CH	O	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	C ₄ H ₉ (t)	n _D ²⁵ 1.5321
(2)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SOCH ₃	融点 117.1°C
(3)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SOCH ₃	融点 168.7°C
(4)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₃	融点 133.1°C
(5)	H	H	H	CF	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ C ₂ H ₅	
(6)	H	H	H	CF	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ C ₆ H ₁₃ (n)	
(7)	H	H	H	CCl	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SOCH ₃	融点 108.7°C
(8)	H	H	H	CCl	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₃	樹脂状
(9)	H	H	H	CCl	S	S	CH	OCH ₃	OCH ₃	SOCH ₃	
(10)	H	H	H	CCl	S	O	N	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₃	
(11)	H	H	H	CBr	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₃	
(12)	H	H	H	CH	O	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	Cl	融点 150.1°C

【表2】

化合物 番号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	Z ¹	R ¹	R ²	R	物 性
(13)	H	H	H	CH	O	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	CF ₃	融点 68.3°C
(14)	CH ₃	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OC ₂ H ₅	SO ₂ CH ₃	
(15)	H	Cl	H	CH	S	O	CH	Cl	Cl	SO ₂ C ₂ H ₅	
(16)	H	H	OCH ₃	CH	S	O	CH	CH ₃	CH ₃	SO ₂ C ₃ H ₇ (i)	
(17)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SCH ₂ C(CH ₃) ₃	n _D ¹⁸ 1.5591
(18)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SCH ₂ COOCH ₃	融点 136.8°C
(19)	H	H	H	OCH ₃	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SCH ₃	
(20)	H	H	H	CCF ₃	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₃	
(21)	H	H	H	COCH ₃	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SOCH ₃	
(22)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SCH ₂ C ₆ H ₅	n _D ¹⁸ 1.6028
(23)	H	H	H	CCOCH ₃	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SC ₃ H ₇ (n)	
(24)	H	H	H	CCN	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SC ₂ H ₅	

[表3]

27

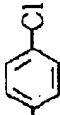
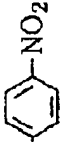
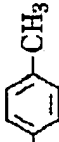
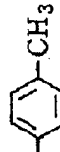
28

化合物 番号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	Z ¹	R ¹	R ²	R	物 性
(25)	H	H	H	CNO ₂	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SC ₄ H ₉ (n)	
(26)	H	H	H	CCN(CH ₃) ₂	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SDC ₄ H ₉ (n)	
(27)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SOCH ₂ COOCH ₃	n _D ¹⁸ 1.5741
(28)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₂ C ₆ H ₅	n _D ¹⁸ 1.5798
(29)	H	H	H	CCl	S	O	CH	OCHF ₂	OCHF ₂	SCH ₃	
(30)	H	H	H	CCl	S	O	CH	Cl	OCH ₃	SO ₂ CH ₃	
(31)	H	H	H	CCl	S	O	CH	CH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₃	
(32)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SOCH ₂ C ₆ H ₅	n _D ¹⁸ 1.5779
(33)	H	H	H	CC ₆ H ₅	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SOCH ₃	
(34)	H	H	H	CC ₆ H ₅	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₃	
(35)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₂ C(CH ₃) ₃	n _D ¹⁸ 1.5492
(36)	H	H	H	N	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SCH ₃	

【表4】





化合物 番号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	Z ¹	R ¹	R ²	R	物 性
(37)	H	H	H	N	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SOCH ₃	
(38)	H	H	H	N	S	O	N	OCH ₃	OCH ₃	SOCH ₃	
(39)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SCH}_2\text{--}\langle\text{C}_6\text{H}_4\rangle\text{--CH}_3$	n _D ²¹ 1.5835
(40)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SCH}_2\text{--}\langle\text{C}_6\text{H}_4\rangle\text{--OCH}_3$	n _D ²¹ 1.5952
(41)	H	H	H	CCl	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SCH}_2\text{--}\langle\text{C}_6\text{H}_4\rangle\text{--CH}_3$	
(42)	H	H	H	CCl	S	S	CH	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SCH}_2\text{--}\langle\text{C}_6\text{H}_4\rangle\text{--CH}_3$	

[表5]

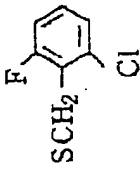
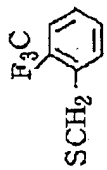
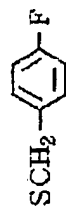
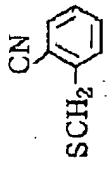
化合物 番号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	Z ¹	R ¹	R ²	R	物 性
(43)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SCH}_2\text{—}$ 	n_D^{21} 1.5859
(44)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SCH}_2\text{—}$ 	n_D^{21} 1.5685
(45)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SO}_2\text{CH}_2\text{—}$ 	n_D^{21} 1.5725
(46)	H	H	H	CCl	S	O	N	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SO}_2\text{CH}_2\text{—}$ 	

化合物 番号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	Z ¹	R ¹	R ²	R	物 性
(47)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SOCH}_2\text{---}\langle\text{C}_6\text{H}_4\rangle\text{---CH}_3$	$n_D^{21} 1.5871$
(48)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SO}_2\text{CH}_2\text{---}\langle\text{C}_6\text{H}_4\rangle\text{---OCH}_3$	$n_D^{21} 1.4878$
(49)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SOCH}_2\text{---}\langle\text{C}_6\text{H}_4\rangle\text{---OCH}_3$	$n_D^{21} 1.5821$
(50)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SO}_2\text{CH}_2\text{---}\langle\text{C}_6\text{H}_4\rangle\text{---Cl}$	$n_D^{21} 1.5897$

【表7】

化合物 番号	Y^1	Y^2	Y^3	Z^2	X^1	X^2	Z^1	R^1	R^2	R	物 性
(51)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SOCH ₂ - 	n_D^{21} 1.5884
(52)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₂ - 	n_D^{21} 1.4862
(53)	H	H	H	CF	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₂ - 	
(54)	H	H	H	CF	S	O	N	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₂ - 	

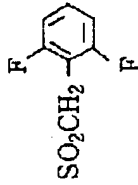
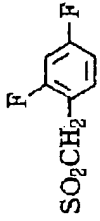
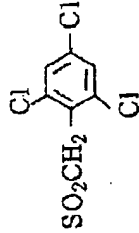
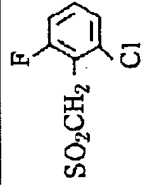
【表8】

化合物 番号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	Z ¹	R ¹	R ²	R	物 性
(55)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		$n_D^{21} 1.5752$
(56)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		$n_D^{21} 1.5606$
(57)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		$n_D^{21} 1.5854$
(58)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		$n_D^{21} 1.5875$

【表9】

39

40

化合物 番号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	Z ¹	R ¹	R ²	R	物 性
(59)	H	H	OCH ₃	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		
(60)	H	H	OCH ₃	CH	S	O	N	OCH ₃	OCH ₃		
(61)	H	H	H	CCl	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		
(62)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		n _D ²¹ 1.5731

[表10]


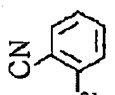
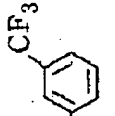
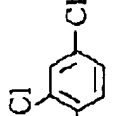
41

42

化合物 番号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	Z ¹	R ¹	R ²	R	物 性
(63)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SO}_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CF}_3$	$n_D^{21} 1.5633$
(64)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SO}_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{F}$	$n_D^{21} 1.5790$
(65)	H	H	H	CBr	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SO}_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_2(\text{CF}_3)_2$	
(66)	H	H	H	N	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	$\text{SO}_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CF}_3$	

【表11】

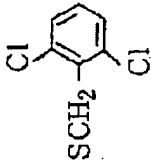
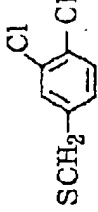
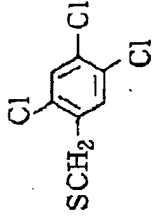
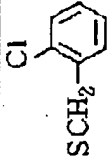
40

化合物 番号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	Z ¹	R ¹	R ²	R	物 性
(67)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SOCH ₂ - 	n _D ²¹ 1.5645
(68)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	CN- 	n _D ²¹ 1.5892
(69)	H	H	H	OCH ₃	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₂ - 	
(70)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SCH ₂ - 	n _D ²¹ 1.5881

【表12】

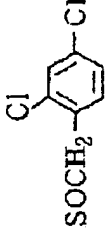
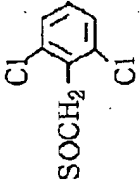

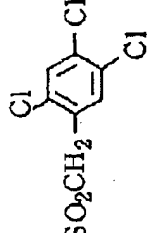
45

46

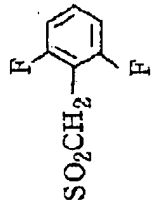
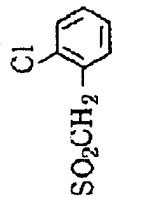
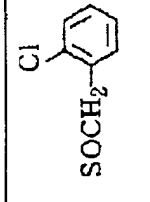
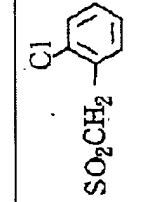
化合物 番号	Y^1	Y^2	Y^3	Z^2	X^1	X^2	Z^1	R^1	R^2	R	物 性
(71)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		n_D^{21} 1.5775
(72)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		n_D^{21} 1.5871
(73)	H	H	H	CCF ₃	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		
(74)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		n_D^{21} 1.5922

【表13】

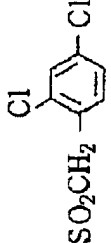
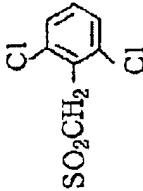
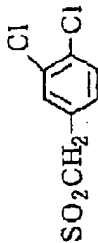
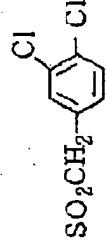
40

化合物 番号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	Z ¹	R ¹	R ²	R	物 性
(75)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		n_D^{21} 1.5997
(76)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		n_D^{21} 1.5902
(77)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		n_D^{21} 1.5875
(78)	H	H	H	CCl	S	O	N	OCH ₃	OCH ₃		

[表14]

化合物 番号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	Z ¹	R ¹	R ²	R	物 性
(79)	H	H	H	CF	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		
(80)	H	H	H	N	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		
(81)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		n _D ²¹ 1.5879
(82)	H	H	H	CCl	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		

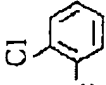


【表15】

化合物 番号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	Z ¹	R ¹	R ²	R	物 性
(83)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		n_D^{21} 1.5991
(84)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		n_D^{21} 1.5866
(85)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		n_D^{21} 1.5971
(86)	H	H	H	CCl	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃		

【表16】

53

54

化合物 番号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	Z ¹	R ¹	R ²	R	物 性
(87)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SO ₂ CH ₂ - 	n _D ²¹ 1.5918
(88)	H	H	H	CCl	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	 SCH ₂ COOCH ₃	
(89)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	 SCH ₂ COOCH ₃	mp 112.5°C
(90)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SCH ₂ COOCH ₃	n _D ²¹ 1.5847
(91)	H	H	H	CCl	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SCH ₂ COOCH ₃	
(92)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SCH ₂ COC ₆ H ₅	n _D ²¹ 1.5645
(93)	H	H	H	CCl	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SCH ₂ COC ₆ H ₅	

【表17】

55

化合物 番号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	Z ¹	R ¹	R ²	R	物 性
(94)	H	H	H	CH	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SC ₂ H ₄ COCH(CH ₃) ₃	n _D ²¹ 1.5586
(95)	H	H	H	CCl	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SC ₂ H ₄ COCH(CH ₃) ₃	
(96)	H	H	H	CF	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SC ₂ H ₄ COCH(CH ₃) ₂	
(97)	H	H	H	CBr	S	O	CH	OCH ₃	OCH ₃	SC ₂ H ₄ COCH(CH ₃) ₂	

56

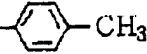
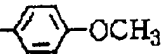
次に、原料化合物である一般式化1.7で示されるフェノール誘導体の製造例を参考例として示す。

参考例1

60%油性水素化ナトリウム0.84gをN, N-ジメチルホルムアミド25mlに懸濁させた。反応系を氷で冷却し、0~5℃に保ちながら、2-(2-ヒドロキシフェニル)-5-メカプトチアジアゾール4.20gをN, N-ジメチルホルムアミド10mlに溶かした溶液を滴下した。0~5℃で30分攪拌した後、ヨウ化メチル3.12gをN, N-ジメチルホルムアミド5mlに溶かした溶液を滴下した。徐々に反応系の温度を室温に戻し、室温で1時間攪拌した。1規定塩酸に反応液を注ぎ、酢酸エチルで抽出した。有機層を飽和食塩水で3回洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。減圧下に溶媒を留去した後、得られた結晶をジイソプロピルエーテルで洗浄し、2-(2-ヒドロキシフェニル)-5-メチルメカプトチアジアゾール(化合物記号a)を得た。このようにして製造した一般式化1.7で示されるフェノール誘導体をまとめて表18-20に示す。表中、各置換基は一般式化1.7における各置換基を表す。

【表1.8】

30

化合物 番 号	Y ¹	Y ²	Y ³	Z ²	X ¹	X ²	R	物 性
a	H	H	H	CH	S	O	SCH ₃	融点 57.8°C
b	H	H	H	CCl	S	O	SCH ₃	融点 73.9°C
c	H	H	H	CH	S	O	SCH ₂ C(CH ₃) ₃	融点 49.4°C
d	H	H	H	CH	O	O	CF ₃	融点 51.5°C
e	H	H	H	CH	O	O	Cl	融点 196.3°C
f	H	H	H	CH	S	O	SCH ₂ C ₆ H ₅	融点 112.2°C
g	H	H	H	CH	S	O	SCH ₂ COOCH ₃	融点 92.8°C
h	H	H	H	CH	S	O	SCH ₂ CF ₂	融点 75.2°C
i	H	H	H	CH	S	O	SCH ₂ -  -CH ₃	融点 129.1°C
j	H	H	H	CH	S	O	SCH ₂ -  -OCH ₃	融点 119.3°C

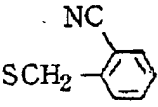
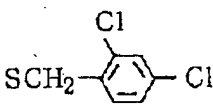
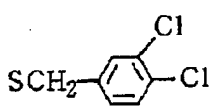
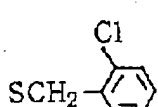
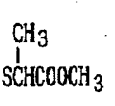
【表19】

化合物 番 号	Y	Y	Y	Z	X	X	R	物 性
k	H	H	H	CH	S	O	<chem>SCH2-c1ccc(Cl)cc1</chem>	融点 108.3°C
l	H	H	H	CH	S	O	<chem>SCH2-c1ccc([N+](=O)[O-])cc1</chem>	融点 144.6°C
m	H	H	H	CH	S	O	<chem>SCH2-c1cc(Cl)cc(F)c1</chem>	融点 107.1°C
n	H	H	H	CH	S	O	<chem>SCH2-c1cc(C(F)(F)F)ccc1</chem>	融点 80.5°C
o	H	H	H	CH	S	O	<chem>SCH2-c1ccc(F)cc1</chem>	融点 104.2°C

【表20】

61

62

化合物 番 号	Y	Y	Y	Z	X	X	R	物 性
p	H	H	H	CH	S	O		融点 128.7°C
q	H	H	H	CH	S	O		融点 128.2°C
r	H	H	H	CH	S	O		融点 109.5°C
s	H	H	H	CH	S	O		融点 124.7°C
t	H	H	H	CH	S	O		n_D^{21} 1.5361
u	H	H	H	CH	S	O	SCH_2COCH_5	融点 179.8°C
v	H	H	H	CH	S	O	SCH_2COCH_3	融点 143.9°C
w	H	H	H	CH	S	O	$SCH_2COCH(CH_3)_3$	融点 88.6°C

次に製剤例を示す。なお、本発明化合物は表1-17の化合物番号で示す。部は重量部である。

製剤例1

本発明化合物(2)、(7)、(12)、(13)、(18)、(89)、50部、リグニルスルホン酸カルシウム3部、ラウリル硫酸ナトリウム2部および合成含水酸化珪素45部をよく粉碎混合して水和剤を得る。

製剤例2

本発明化合物(1)、(2)、(7)、(12)、(13)、(17)、(18)、(22)、(27)、(28)、(32)、(35)、(39)、(40)、(4

3)~(45)、(47)~(52)、(55)~(58)、(62)~(64)、(67)、(68)、(70)~(72)、(74)~(77)、(81)、(83)~(85)、(87)、(89)~(94)10部、ポリオキシエチレンスチリルフェニルエーテル14部、ドデシルベンゼンスルホン酸カルシウム6部、キシレン40部およびシクロヘキサノン30部をよく混合して乳剤を得る。

製剤例3

本発明化合物(2)、(7)、(12)、(13)、(18)、(89)2部、合成含水酸化珪素1部、リグ

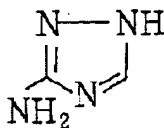
ニンスルホン酸カルシウム2部、ペントナイト30部およびカオリンクレー65部をよく粉碎混合し、水を加えてよく練り合せた後、造粒乾燥して粒剤を得る。

製剤例4

本発明化合物(1)、(2)、(7)、(12)、(13)、(17)、(18)、(22)、(27)、(28)、(32)、(35)、(39)、(40)、(43)~(45)、(47)~(52)、(55)~(58)、(62)~(64)、(67)、(68)、(70)~(72)、(74)~(77)、(81)、(8*10)

*3)~(85)、(87)、(89)~(94)25部、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレエート3部、CMC3部、水69部を混合し、粒度が5ミクロン以下になるまで湿式粉碎して懸濁剤を得る。次に、本発明化合物が除草剤の有効成分として有用であることを試験例で示す。なお、本発明化合物は、表1-17の化合物番号で示し、比較対照に用いた化合物は表21の化合物記号で示す。

【表21】

化合物記号	化学構造式	備考
A		化合物一般名 amitrole

また、除草効力の評価は、調査時の供試植物(雑草および作物)の出芽および生育の状態が無処理のそれと比較して全くないほとんど違いがないものを「0」とし、供試植物が完全枯死または出芽若しくは生育が完全に抑制されているものを「5」として、0~5の6段階に区分し0、1、2、3、4、5で示す。

試験例1 畑地土壌表面処理試験

直径10cm、深さ10cmの円筒型プラスチックポットに

畑地土壌を詰め、イヌビエ、イチビを播種し、覆土した。製剤例2に準じて供試化合物を乳剤にし、その所定量を1アールあたり10リットル相当の水で希釈し、小型噴霧器で土壌表面に処理した。処理後19日間温室内で育成し、除草効力を調査した。その結果を表22-23に示す。

【表22】

供試化合物	有効成分処理量 (g/a)	除草効力	
		イヌビエ	イチビ
(3)	20	5	4
(4)	20	5	4

【表23】

供 試 化合物	有効成分処理量 (g/a)	除 草 効 力	
		イヌビエ	イチビ
(8)	20	5	4
(12)	20	4	4
(27)	20	5	4
(28)	20	5	4
(32)	20	5	4
(35)	20	5	4
(45)	20	5	4
(47)	20	4	4
(49)	20	4	4
(50)	20	5	4
(62)	20	4	4
(67)	20	4	4
(68)	20	4	4
(75)	20	4	4
(76)	20	4	4
(77)	20	4	4
(81)	20	5	4
(83)	20	4	4
(84)	20	4	4
(85)	20	5	4
(87)	20	4	4
(A)	20	0	1

試験例2 水田湛水処理試験

直径8cm、深さ12cmの円筒型プラスチックポットに水田土壌を詰め、タイヌビエ、ホタルイの種子を1~2cmの深さに混ぜ込んだ。湛水して水田状態にした後、ウリカワの塊茎を1~2cmの深さに埋め込み、温室内で育成した。6日後（各雑草の発生初期）に製剤例2に準じて

供試化合物を乳剤にし、その所定量を2.5ミリリットルの水で希釈し、水面に処理した。処理後19日間温室内で育成し、除草効力を調査した。その結果を表24に示す。

【表24】

供 試 化合物	有効成分処理量 (g/a)	除 草 効 力		
		タイヌピエ	ホタルイ	ウリカワ
(3)	10	4	4	5
(4)	10	4	4	5
(27)	10	4	5	4
(28)	10	4	5	4
(32)	10	4	4	4
(35)	10	4	5	4
(47)	10	4	4	4
(49)	10	4	4	4
(50)	10	4	4	4
(63)	10	4	4	4
(64)	10	4	5	4
(67)	10	4	4	4
(70)	10	4	4	4
(A)	10	2	0	0

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

//(C 0 7 D 413/12

239:00

271:00)

(C 0 7 D 417/12

239:00

285:00)

(C 0 7 D 417/12

251:00

285:00)

(C 0 7 D 417/14

213:00

239:00

285:00)

(72)発明者 斉藤 一雄

兵庫県宝塚市高司4丁目2番1号 住友化

学工業株式会社内

(72)発明者 柴田 秀之

兵庫県宝塚市高司4丁目2番1号 住友化

学工業株式会社内